

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

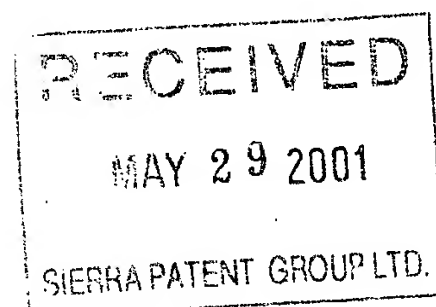
**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**INFO #: 11459562 SIERRA PATENT GROUP, LTD**  
**ANDREW SMITH**

SHIP VIA: **Mail**  
*FedEx 1769-7425-7*

FILLED ON: 5/24/2001

**Infotrieve, Inc.**  
41575 Joy Rd.  
Canton, MI 48187  
Phone (800) 422-4633 or (800) 422-4633 ext. 8  
Fax (734) 459-5280



# Foreign Patent

SHIP TO : 8240 / 147237

**SIERRA PATENT GROUP, LTD**  
**ANDREW SMITH**  
**PO BOX 6149**  
**295 HIGHWAY 50, SUITE 20**  
**STATELINE, NV 89449**  
**USA**

Please contact us if you have questions or comments regarding this article

Email: [service@infotrieve.com](mailto:service@infotrieve.com)

Phone: (800) 422-4633

## CUSTOMER INFO

FAX: 775-586-9550

COURIER: 1769-7425-7

ARIEL:

PHONE: 775-586-9500X124

NOTES:

## ARTICLE INFORMATION

### FOREIGN PATENT

JP 61 91982Q:\* 1986

\*

5/10/86, 3/03

CCD                      2000  
SHIP VIA                Mail

ORDER #

BILLING REF

ORDERED ON            5/23/2001

FILLED ON             5/24/2001

NEED BY

ATTENTION             ANDREW SMITH

INFO #                   11459562

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-191982

(43) 公開日 平成6年(1994)7月12日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 6 D	5/00	Z 7188-4H		
	5/06	7188-4H		

審査請求 未請求 請求項の数2(全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平4-347836

(22) 出願日 平成4年(1992)12月28日

(71) 出願人 000004341

日本油脂株式会社

東京都千代田区有楽町1丁目10番1号

(72) 発明者 越智 弘二

愛知県知多郡武豊町字楠2丁目35番地

(72) 発明者 成田 和之

愛知県知多郡武豊町字西門67番地26号

(72) 発明者 松田 和典

愛知県知多郡武豊町字西門8番地

(72) 発明者 浅野 暢一

愛知県半田市出口町2丁目241番地

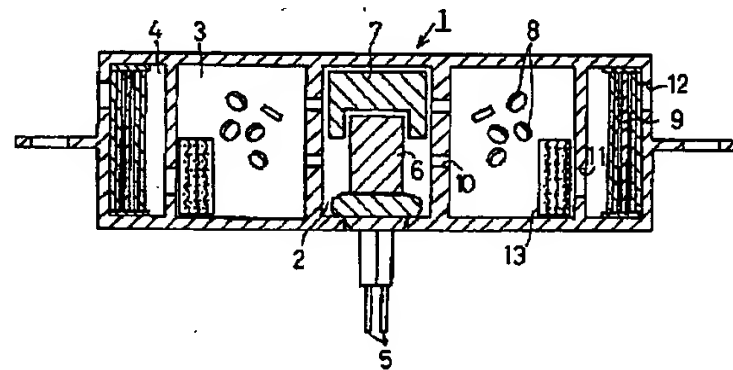
(74) 代理人 弁理士 恩田 博宣

(54) 【発明の名称】 ガス発生剤組成物及びその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 高い燃焼速度を保持でき、少ない含有量で残渣を効果的に捕集できるとともに、燃焼圧力の増加を来すおそれがなく、ガス発生剤の小型軽量化を図ることができるガス発生剤組成物を収率良く製造することができるガス発生剤組成物及びその製造方法を提供する。

【構成】 ガス発生剤1に装填されるガス発生剤組成物8は、アジ化ナトリウムと酸化剤を主成分とし、アルミン酸マグネシウムを2～6重量%及びコロイド珪酸由来の珪酸を4～10重量%含有している。ガス発生剤組成物8の製造方法においては、珪酸濃度が3～15重量%のコロイド珪酸中に、アジ化ナトリウム、酸化剤及びアルミン酸マグネシウムを添加し、混合してスラリー状態とした後、例えばスプレードライヤーにより噴霧造粒乾燥する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アジ化ナトリウムと酸化剤を主成分とし、アルミン酸マグネシウムを2～6重量%及びコロイド珪酸由来の珪酸を4～10重量%含有してなるガス発生剤組成物。

【請求項2】 珪酸濃度が3～15重量%のコロイド珪酸中に、アジ化ナトリウム、酸化剤及びアルミン酸マグネシウムを添加し、混合してスラリー状態とした後、噴霧造粒乾燥することを特徴とするガス発生剤組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、例えば自動車用のエアバッグを膨張させるガス発生装置（以下、単に「ガス発生器」という）に装填されるガス発生剤組成物及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 アジ化ナトリウムと各種酸化剤とを主成分としてなるガス発生剤をペレット状にしてガス発生器内に組み込み、これを燃焼させることにより窒素ガスを発生させ、エアバッグを膨張させるガス発生剤が知られている。ここで用いられるアジ化ナトリウムと酸化剤を主成分とするガス発生剤は、燃焼によりガス成分としては無害なガスだけを発生するので、ガス発生剤としては極めて好ましいものである。

【0003】 しかしながら、同時に副生するナトリウムやナトリウム化合物の残渣（以下、単に「残渣」という）は有害である。そのため、ガス発生剤を開発するにあたっては副生した残渣を無害化するか、又はガス発生器内に組み込まれた金網やフィルタ類（以下、単に「濾過機構」という）で簡単に捕集しやすい様に化学的に変化させ得る組成であることが望ましい。

【0004】 このような観点から、ガス発生剤組成物中に二酸化珪素等を配合し、残渣を無害な珪素塩に変化させると同時に、濾過機構で捕集され易い低融点ガラスに変化させる手段が知られている。

【0005】 例えば、特公昭58-20920号公報には、金属アジドと酸化剤とからなるガス発生剤から生成される残渣を無害化する組成物として、生成される残渣と低融点ガラスを形成する二酸化珪素等を含有せしめた組成物が提案されている。

【0006】 また、米国特許第4547235号明細書には、次のような組成物が示されている。すなわち、この組成物は、アジ化ナトリウム60～68重量%、二酸化珪素18～24重量%、硝酸カリウム8～20重量%、二酸化モリブデン2～20重量%、イオウ2～4重量%からなっている。この組成物は残渣が捕集され易く、燃焼速度が調整可能で、ガス発生器用のガス発生剤として好適であるとされている。

【0007】 さらに、特公昭53-1076号公報に

は、アジ化物と硝酸塩又は過塩素酸塩とを含む組成物の水溶液に微粒状二酸化珪素を混合し、かかる混合物を更に水溶性有機溶剤と混合することによって得られる微粒子状共析出物からなるガス発生剤が例示されている。そして、この組成物は、組成物中の各成分が均一に混合される結果、燃焼性を損なうことなく、残渣を効率的に低融点ガラスに変換させることが可能であるとされている。

## 【0008】

10 【発明が解決しようとする課題】 ところが、前記特公昭58-20920号公報及び米国特許4547235号明細書記載のガス発生剤組成物は、残渣を捕集され易くするために二酸化珪素等の配合比を大きくする必要があり、その結果、燃焼速度が低下するという問題がある。そして、それを補うためには、硝酸カリウムのような強力な酸化剤が必要となる。しかし、硝酸カリウムの様な酸化剤を配合したガス発生剤は、燃焼温度が高くなり、高温のガスを発生するという問題点が生じる。また、二酸化珪素の配合比が大きい分、アジ化ナトリウムの配合比が相対的に減少するため、ガス発生器1個あたりに装填されるべきガス発生剤の量が多くなる結果、重量と形状が大きくなるという問題点がある。

【0009】 加えて、添加剤である二酸化珪素が、アジ化ナトリウムと酸化剤との反応の結果生じる残渣と反応した際には、珪酸ナトリウムの如き粘着性の低融点ガラスを形成する。この粘着性の低融点ガラスは、濾過機構で捕集され易い反面、濾過機構の中で局部的に目詰まりを起こしやすいという欠点を有している。

30 【0010】 このような目詰まりは、ガス発生剤燃焼時のガス発生器内の圧力（以下、単に「燃焼圧力」という）を高める原因となり、この高い燃焼圧力は、さらにガス発生剤自身の異常燃焼を引き起こす原因ともなる。そして、この現象を抑制するには、濾過機構の構成について特別に配慮することが必要となるが、このような対策は、ガス発生器の製造工程を複雑にすることになる。また、濾過機構の構成について特別に配慮しない場合には、高い燃焼圧力を見込んで、ガス発生器ケースの耐圧性能を十分に確保しておく必要があり、このような対策は、ガス発生器の大きさ、重量の増加を招き、さらに製造上の改良を要する結果となる。

【0011】 また、特公昭53-1076号公報に記載のガス発生剤は、二酸化珪素の添加量が少量であるため燃焼速度の低下が少なく、なおかつ二酸化珪素の添加量が少量であっても残渣が有効に捕集できる点で有利であるが、水溶性有機溶剤と混合することによって得られる微粒子状共析出物の比率が70%弱であり、収率が非常に低いという問題点がある。

【0012】 この発明は上記問題点に鑑みてなされたものであって、その目的は、高い燃焼速度を保持しつつ、少ない含有量で残渣を効果的に捕集できるとともに、特

別に配慮された濾過機構を使用せずとも、燃焼圧力の増加を引き起こすおそれがなく、ガス発生器の小型軽量化を図ることができ、しかもガス発生剤組成物を収率良く製造することができるガス発生剤組成物及びその製造方法を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、第1の発明のガス発生剤組成物は、アジ化ナトリウムと酸化剤を主成分とし、アルミン酸マグネシウムを2～6重量%及びコロイド珪酸由来の珪酸を4～10重量%含有してなることを特徴とする。

【0014】また、第2の発明のガス発生剤組成物の製造方法は、珪酸濃度が3～15重量%のコロイド珪酸中に、アジ化ナトリウム、酸化剤及びアルミン酸マグネシウムを添加し、混合してスラリー状態とした後、噴霧造粒乾燥することを特徴とする。

【0015】次に、この発明の各構成要素について順次説明する。アジ化ナトリウム ( $\text{Na N}_3$ ) はガス発生器に用いられるガス発生剤の主成分として最も一般的な物である。アジ化ナトリウムの粒度は、高い燃焼速度を得るためには、平均粒径は20  $\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。

【0016】アジ化ナトリウムと共に用いられる酸化剤としては、従来から知られているものが使用され、例えば過塩素カリウム、過塩素酸アンモニウム等の過塩素酸塩、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム等の硝酸塩、酸化銅、二酸化マンガン、酸化鉄等の金属酸化物が好適に用いられる。中でも、アジ化ナトリウムと配合した際の燃焼温度が低いこと、燃焼速度が高いこと、化学的安定性が良いこと、コストが低いこと等の観点から二酸化マンガが特に好ましい。また、この二酸化マンガンの粒度は、高い燃焼速度を得るためには、10  $\mu\text{m}$ 以下であることが好適である。

【0017】また、酸化剤として二酸化マンガンを使用する場合には、二酸化マンガンを電気炉等で焼成したものが好適である。焼成温度は、250～500℃が好ましく、300～400℃がさらに好ましい。焼成された二酸化マンガンは、焼成していない二酸化マンガに比べて、燃焼後の生成ガス中のアンモニアガス濃度を低減させる効果がある。

【0018】アジ化ナトリウムと酸化剤との配合割合については、使用する酸化剤の種類によりその最適組成は異なるが、通常アジ化ナトリウム40～75重量%に対して酸化剤25～60重量%の範囲が適当である。

【0019】次に、この発明におけるアルミン酸マグネシウム ( $\text{Mg Al}_2\text{O}_4$ ) は、一般に所定のアルミニウム塩とマグネシウム塩の水溶液からpH、温度、攪拌速度等の定められた条件下に、アルミン酸マグネシウムの共沈物を得た後、これを水洗、乾燥し、所望の粒度に粉砕したものが用いられる。このアルミン酸マグネシウムの

粒径は、10  $\mu\text{m}$ 以下であることが好適である。

【0020】アルミン酸マグネシウムの配合量は2～6重量%である。配合量が2重量%未満の場合、残渣を十分に捕集することができないか、又は燃焼圧力を低く抑えることができない。逆に、配合量が6重量%を越える場合、燃焼速度が急激に低下し、さらにアジ化ナトリウムの配合比が相対的に減少する。

【0021】低すぎる燃焼速度は、ガス発生剤ペレットの表面積の増大を必要とするため、ペレットの厚みを薄くする必要が生じ、このことはペレット強度の低下をもたらす。ペレット強度が低下すると、ガス発生器が何年もの間、自動車の車室内で激しい振動や高低の大きい過酷な温度条件に晒された場合に、ペレットが割れたり粉化したりし、このことはガス発生剤燃焼時における燃焼室内の予期せぬ高圧をもたらす。

【0022】さらに、アジ化ナトリウム配合比の相対的な減少は、ガス発生器1個あたりに必要となるガス発生剤の量が増えることとなり、その結果、ガス発生器の重量及び形状の増加をもたらすこととなる。

【0023】アルミン酸マグネシウムは、粒径は一定であっても、比表面積の値はその結晶構造によってかなり変化する。参考として、平均粒径3.2  $\mu\text{m}$ のアルミン酸マグネシウムにつき、温度を変えて焼成した場合の比表面積の影響を図2に示す。焼成温度が180℃から980℃の間で、比表面積の値がピークを示すのは、結晶構造がパイライト構造からスピネル構造に変化する過程のアモルファスの状態であるためと考えられる。

【0024】この発明のガス発生剤組成物に用いるアルミン酸マグネシウムは、上記アモルファスの状態、すなわち比表面積で言うならば100～250  $\text{m}^2/\text{g}$ である場合に、一層その効果が発揮される。比表面積が100  $\text{m}^2/\text{g}$ 未満の場合、残渣の捕集効果は優れているとは言えず、比表面積が100  $\text{m}^2/\text{g}$ 以上の場合、残渣の捕集効果は格段に向上する。また、比表面積が250  $\text{m}^2/\text{g}$ より大きいアルミン酸マグネシウムは、工業的に製造することが困難である。これらのことから、アルミン酸マグネシウムの比表面積は100～250  $\text{m}^2/\text{g}$ が最適である。

【0025】アルミン酸マグネシウムを2～6重量%配合したガス発生剤組成物は、残渣の捕集効率が優れている他に次の利点がある。それは、アルミン酸マグネシウムを2～6重量%配合したガス発生剤組成物は、残渣が濾過機構で目詰まりを起こしにくいため、燃焼圧力が珪酸や珪酸塩など他の残渣捕集用の添加剤を配合した組成物に比較して、低く抑えられるという点である。

【0026】次に、この発明におけるコロイド珪酸とは、粒子の大きさが5～100  $\text{nm}$ 程度である無定形珪酸の安定な水系分散体であり、水ガラスや珪酸エステル、ハロゲン化珪素の加水分解などによって生じる珪酸を、コロイドの大きさに成長させることによって得られ

るものである。

【0027】コロイド珪酸がガス発生剤組成物中に占める配合量は、珪酸としての換算比率、すなわち乾燥して珪酸となった場合の比率で4～10重量%の範囲である。この配合量が4重量%に満たない場合、残渣を十分に捕集することができない。逆に、配合量が10重量%を越える場合、燃焼速度が急激に低下し、さらにアジ化ナトリウムの配合比が相対的に減少するため、前記と同様の問題が生じる他、燃焼圧力が増加する。

【0028】この発明の最も特徴的な点は、アルミン酸マグネシウム又はコロイド珪酸を単独で添加するよりも、両者を組み合わせて添加することによって、燃焼圧力の増加を抑制しつつ、より一層残渣の捕集効果を高め得ることである。この場合、アルミン酸マグネシウムとコロイド珪酸中の珪酸との合計添加量は6～12重量%が好ましく、両者の添加比率は1:1～1:3が好ましい。

【0029】次に、この発明のガス発生剤組成物の製造方法としては、以下に述べる方法が適している。すなわち、コロイド珪酸は、ゾルとしての安定した状態を保つためには、pH、濃度、共存電解質等について配慮する必要がある。例えば、アジ化ナトリウムと酸化剤からなる乾燥したガス発生剤に、一般に市販されている20～40重量%のコロイド珪酸を単純に加えた場合には、コロイド珪酸は瞬間的に凝固（ゲル化）する。

【0030】しかしながら、この発明のガス発生剤組成物の製造方法に従うことにより、上記のゲル化現象を抑えることができ、なおかつ、ガス発生剤を収率良く製造することができる。

【0031】そのためには、まず、コロイド珪酸中の珪酸濃度が3～15重量%のコロイド珪酸を調製する必要がある。一般に市販されているコロイド珪酸の珪酸濃度は、20～40重量%であるので、上記3～15重量%のコロイド珪酸を調製するためには、市販のコロイド珪酸をイオン交換水等で希釈すれば良い。これに、残りの配合成分、つまりアジ化ナトリウム、酸化剤及びアルミン酸マグネシウムを添加し、混合してほぼ均一なスラリーとする。

【0032】コロイド珪酸中の珪酸濃度が15重量%を越える場合、スラリーは急激に増粘し、ゲル化の状態に近づき、その結果として、ガス発生剤組成物の収率が低下するため不適当である。一方、コロイド珪酸中の珪酸濃度が3重量%未満の場合、スラリーが短時間のうちに固液分離現象を呈し、その結果として、前記と同様にガス発生剤組成物の収率の低下及び性能のばらつきを引き起こすため不適当である。

【0033】次にpHであるが、コロイド珪酸を安定したゾルの状態に保つためには、スラリーのpHは8～10の範囲が最適である。pHが8に満たない場合、スラリーがゲル化しやすくなるために好ましくない。また、

pHが10を越えると、コロイド珪酸は珪酸アルカリの溶液になるために、やはり好ましくない。

【0034】上記pHの範囲では、コロイド珪酸中の珪酸粒子の表面は、水酸イオンを吸着して負に帯電している。従って、酸化剤として水中で正に帯電するような物質、例えば酸化第二鉄のような物質は、コロイド珪酸の安定性に悪影響を与えるため、基本的に好ましくない。逆に、二酸化マンガンのように上記pHの範囲において水中で負に帯電するような物質は好ましいといえる。

【0035】この発明のガス発生剤組成物は、例えばジェット流を利用したホモジナイザーを用いてスラリーの状態に均一に混合される。均一混合されたガス発生剤組成物は、後の工程でペレットに成型されることになるが、その際の作業性を良くするために、噴霧造粒乾燥される。この発明に示されるようなガス発生剤のスラリーを造粒乾燥する手段としては、噴霧造粒乾燥、即ち熱風が送り込まれている乾燥塔内にガス発生剤スラリーを液滴状で噴霧し、短時間のうちに造粒及び乾燥を同時に実施するような手段が得策である。この噴霧造粒乾燥工程は、一般にスプレードライヤーとよばれる装置を用いることにより、容易に実施することができる。

【0036】この発明の製造方法を実施するに際しては、まず、ガス発生剤スラリー調製用タンク内に、定められた量の水が注入される。その時の水の量は、次に加えられるコロイド珪酸中の水の量と合算した量で、コロイド珪酸中の珪酸濃度として3～15重量%になるように調整される。

【0037】次に、粉末原料であるアジ化ナトリウム、酸化剤及びアルミン酸マグネシウムを加える。さらには、ホモジナイザー等の混合器により均一なスラリーを調製する。その際、アジ化ナトリウム、酸化剤、アルミン酸マグネシウムの添加順序は特に制限されるものではない。

【0038】ほぼ均一に混合されたガス発生剤スラリーは送液ポンプ等でスプレードライヤー乾燥塔内に導入され、そこでノズルもしくは回転アトマイザーによって液滴状に噴霧される。この液滴は、乾燥塔内を滞留する間に造粒乾燥され、ガス発生剤組成物の造粒薬、すなわち粒状体が製造される。

【0039】このようにして製造される造粒薬の一般的な性能としては、粒径は50～300 $\mu$ m、残存水分量は1重量%以下である。また収率としては90%以上の高収率が可能である。

【0040】なお、この発明のガス発生剤組成物が装填されたガス発生器について説明する。図1に示すように、ガス発生器1内の中心位置には点火室2が設けられ、その外周には燃焼室3が区画形成され、さらにその外周には冷却捕集室4が同心円状に区画形成されている。上記点火室2内にはリード線5が接続されたスクイブ6が立設固定され、その上部には点火剤7が充填され



ている。また、燃焼室3内にはペレット状のガス発生剤組成物8が装填されるとともに、冷却捕集室4には金網と無機繊維とからなる環状の冷却用フィルタ9が配置されている。

【0041】前記点火室2と燃焼室3との間及び燃焼室3と冷却捕集室4との間にはそれぞれ連通孔10、11が開口されるとともに、冷却捕集室4の上部外周にはガス排出口12が開口されている。燃焼室3内の下部外周には環状の燃焼室フィルタ13が連通孔11に対向して配置されている。

【0042】そして、リード線5を介してスクイブ6に通電されてスクイブ6が発火し、点火剤7が着火する。その火炎が連通孔10を通して燃焼室3内に伝播され、ガス発生剤組成物8が燃焼し、窒素ガスを発生する。この窒素ガスは燃焼室フィルタ13、連通孔11を通して冷却捕集室4に入り、冷却用フィルタ9で冷却されながらガス排出口12から排出される。そして、図示しないエアバックを展開させる。

【0043】

【作用】この発明の第1の発明におけるガス発生剤組成物は、アルミン酸マグネシウム2～6重量%及びコロイド珪酸由来の珪酸を4～10重量%含有している。

【0044】アルミン酸マグネシウムは、ガス発生剤組成物の燃焼残渣と反応して粒子径の大きな生成物となるとともに、その生成物の粘着性も少ないと考えられる。従って、残渣が濾過機構の中で目詰まりを起こすことなく濾過機構で容易かつ円滑に捕集される。

【0045】また、コロイド珪酸は、活性な微粒子状であるため、公知技術と異なり珪酸の換算比率で4～10重量%の添加量で十分にその目的を達成することが可能である。濾過で捕集される残渣は、ほとんど無害化されるとともに、一定量以上の低融点ガラスの生成は、その表面に残りの残渣を物理的に付着させるのに十分である。

【0046】アルミン酸マグネシウムとコロイド珪酸の両者を添加したガス発生剤組成物は、アルミン酸マグネシウム又はコロイド珪酸を単独で添加した場合に比べて、燃焼圧力を増加させることなく、より一層残渣を効率良く濾過することができる。

【0047】さらに、この発明のガス発生剤組成物は、アルミン酸マグネシウムとコロイド珪酸を使用しているが、その添加量は少ないことから、燃焼速度はほとんど低下しないし、アジ化ナトリウムの配合比率もそれほど低下しない。従って、燃焼速度の低下を補うために、硫酸塩、過塩素酸塩等の強い酸化剤を必ずしも用いる必要はない。さらに、生成ガス量も多い。

【0048】この発明の第2の発明におけるガス発生剤の製造方法は、コロイド珪酸をゲル化させることなく、他の成分と均一に混合させることができ、乾燥塔内で噴霧造粒乾燥することにより、一度に大量のガス発生剤を

効率よく製造することができる。

【0049】

【実施例】以下に、この発明を具体化した実施例と比較して説明する。なお、各例において重量%を%と略記する。

(実施例1) 40%コロイド珪酸を、所定量のイオン交換水が注入された容器内に投入して希釈することにより、4%のコロイド珪酸を調製した。このコロイド珪酸中に、アジ化ナトリウム、二酸化マンガ及びアルミン酸マグネシウムを所定量投入した。このときのアジ化ナトリウム、二酸化マンガ、アルミン酸マグネシウム、コロイド珪酸の各比率は表1に示すとおりである。この混合物をホモジナイザーで混合し、均一なスラリー状にした後、2流体ノズル方式のスプレードライヤーを使用して噴霧造粒乾燥することにより、平均粒径約100 $\mu$ mの造粒薬を得た。このときの収率は約97%であった。この造粒薬をロータリー式打錠機を用いて、直径7mm、厚さ4.9mmのペレットを製造した。

【0050】このペレットを図1に示されるガス発生器内に92g組み込んだ後、60リットルのタンク試験機に取り付け、作動させた際の燃焼圧力及びタンク内に排出されたナトリウム量を測定した。

【0051】またこれとは別に、専用の金型と手動式油圧プレス機を使用し、前記造粒薬を用いて5mm×8mm×50mmの棒状成形品(以下、「ストランド」という)を作成した。

【0052】燃焼速度は、ストランドの側面をエポキシ樹脂でコーティングすることにより全面燃焼を防止する対策を施した後、直径0.5mmのドリルを用いて、長手方向に適当な間隔で2個の小穴をあけ、ここに燃焼時間測定用の溶断ヒューズを各穴1本ずつ貫通させた。このストランド試料を所定の固定台に設置し、30気圧の加圧下で、ストランドの一端からニクロム線で点火し、燃焼面が通過する際にヒューズが溶断する瞬間を電氣的に測定し、2点間の距離をその時間差で割ることにより線燃焼速度として求めた。その結果を表1に示す。

(実施例2～6) 表1に示す組成(実施例2～6)で、実施例1と同様な方法によりガス発生剤組成物を各々製造し、同じ方法で各々の特性を評価した。ただし、希釈後のコロイド珪酸の濃度は、3～15%の範囲に調整し、ガス発生器内に組み込まれるペレットの量は、ガス発生器1個当たりのアジ化ナトリウムの量が一定になるように調整した。また、ペレットの厚さは、それぞれの燃焼速度に合わせて、表1に示すとおりに調整した。その結果を表1に示す。

(比較例1～5) 表2に示す組成(比較例1～5)で、実施例1と同様な方法によりガス発生剤組成物を各々製造し、同じ方法で各々の特性を評価した。ただし、ガス発生剤スラリー中の固形分と水との比率は、重量比で1:1で一定とした結果、希釈後のコロイド珪酸の濃度

は0～12%であった。また、ガス発生器内に組み込まれるペレットの量は、ガス発生器1個あたりのアジ化ナトリウムの量が一定になるように調整した。また、ペレットの厚さは、それぞれの燃焼速度に合わせて、表2に\*

\*示すとおりに調整した。その結果を表2に示す。

【0053】

【表1】

実施例		1	2	3	4	5	6
ガス発生剤の組成 (%)	アジ化ナトリウム	59	58	58	56	56	56
	二酸化マンガ	35	34	34	32	32	32
	アルミン酸マグネシウム	2	2	4	3	6	2
	珪酸	4	6	4	9	6	10
ストランド燃焼速度 (mm/sec)		49	46	42	38	36	39
ペレットの厚さ (mm)		4.9	4.6	4.2	3.8	3.6	3.9
排出ナトリウム量 (mg)		89	44	33	8	7	13
燃焼圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )		62	78	70	95	83	101

【0054】

※ ※ 【表2】

比較例		1	2	3	4	5
ガス発生剤の組成 (%)	アジ化ナトリウム	59	59	54	55	59
	二酸化マンガ	35	35	30	31	35
	アルミン酸マグネシウム	0	6	4	8	4
	珪酸	6	0	12	6	2
ストランド燃焼速度 (mm/sec)		50	46	21	24	48
ペレットの厚さ (mm)		5.0	4.6	2.1	2.4	4.8
排出ナトリウム量 (mg)		160	147	20	6	131
燃焼圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )		84	56	124	90	61

【0055】表1及び表2中、アジ化ナトリウムは東洋化成工業(株)のものを使用した。このアジ化ナトリウムの粒度は平均9.6 $\mu$ mであった。また、二酸化マンガ

【0056】表1及び表2に示す結果からわかるように、ガス発生剤組成物中のアルミン酸マグネシウムの比

率が2～6%、及び珪酸の比率が4～10%の場合(実施例1～6)、高い燃焼速度を維持しつつ残渣を効率的に捕集することができ、なおかつ、燃焼圧力を低く抑えることが可能である。しかし、アルミン酸マグネシウム又は珪酸の比率が上記範囲から外れた場合(比較例1～5)、燃焼速度の低下や残渣捕集の比率の低下あるいは燃焼圧力の増大を招くことがわかる。

(実施例7) 40%のコロイド珪酸を、所定量のイオン交換水が注入された容器内に投入して希釈することにより6%のコロイド珪酸を調整した。このコロイド珪酸中に、アジ化ナトリウム、過塩素酸カリウム及びアルミン酸マグネシウムを所定量投入した。このときのアジ化ナトリウム、過塩素酸カリウム、アルミン酸マグネシウム、珪酸の各比率は表3に示すとおりである。この混合



物をホモジナイザーで攪拌混合し、均一なスラリー状にした後、2流体ノズル方式のスプレッドライヤーを使用して噴霧造粒乾燥することにより、平均粒径約 $90\mu\text{m}$ の造粒薬を得た。このときの収率は約95%であった。この造粒薬をロータリー打錠機を用いて、直径7mm、厚さ4.8mmのペレットを製造した。

【0057】このペレットを図1に示されるガス発生器内に77g組み込んだ後、60リットルのタンク試験機に取り付け、作動させた際の燃焼圧力及びタンク内に排出されたナトリウム量を測定した。

【0058】またこれとは別に、専用の金型と手動式油圧プレス機を使用して、前記造粒薬を用いて $5\text{mm}\times 8\text{mm}\times 50\text{mm}$ のストランドを作成した。燃焼速度は、実施例1と同様に、線燃焼速度として求めた。その結果を表3に示す。

(実施例8)表3に示す組成(実施例8)で、実施例7と同様な方法によりガス発生剤組成物を製造し、同じ方法で各々の特性を評価した。ただし、希釈後のコロイド\*

\*珪酸の濃度は、4%に調整し、ペレットの厚さは4.5mmに調整した。その結果を表3に示す。

(比較例6及び7)表3に示す組成(比較例6及び7)で、実施例7と同様な方法によりガス発生剤組成物を各々製造し、同じ方法で各々の特性を評価した。ただし、ガス発生剤スラリー中の固形分と水との比率は、重量比で1:1で一定とした結果、希釈後のコロイド珪酸の濃度はそれぞれ8%及び0%であった。また、ペレットの厚さは、それぞれの燃焼速度に合わせて、表3に示すとおりに調整した。その結果を表3に示す。

【0059】表3中、アジ過ナトリウムは東洋化成工業(株)のものを使用した。このアジ化ナトリウムに粒度は平均 $70\mu\text{m}$ であった。また、過塩素酸カリウムは日本カーリット(株)のものを250メッシュの篩に通して使用した。また、アルミン酸マグネシウム及びコロイド珪酸は実施例1と同じものを使用した。

【0060】

【表3】

実施例又は比較例		実施例7	実施例8	比較例6	比較例7
ガス発生剤の組成(%)	アジ化ナトリウム	71	71	71	71
	二酸化マンガ	21	21	21	21
	アルミン酸マグネシウム	2	4	0	8
	珪酸	6	4	8	0
ストランド燃焼速度(mm/sec)		48	45	49	33
ペレットの厚さ(mm)		4.8	4.5	4.9	3.3
排出ナトリウム量(mg)		88	95	175	167
燃焼圧力(kg/cm <sup>2</sup> )		85	80	119	71

【0061】(実施例9)40%コロイド珪酸を、所定量のイオン交換水が注入された容器内に投入して希釈することにより3%のコロイド珪酸を調整した。このコロイド珪酸中に、アジ化ナトリウム、二酸化マンガ及びアルミン酸マグネシウムを所定量投入した。この時の、アジ化ナトリウム、二酸化マンガ、アルミン酸マグネシウム、珪酸の各比率は表4に示すとおりである。この混合物をホモジナイザーで攪拌混合し、均一なスラリー状にした後、2流体ノズル方式のスプレーを使用して噴霧造粒乾燥することにより、平均粒径薬 $100\mu\text{m}$ の造粒薬を得た。このときの収率は約97%であった。その結果を表4に示した。

【0062】なお、使用した原材料は、実施例1と同じ

ものである。

(実施例10~12)表4に示す組成(実施例10~12)で、実施例3と同様な方法によりガス発生剤組成物を各々製造し、収率を求めた。ただし、希釈後のコロイド珪酸の濃度は、表4に示す値に調整した。その結果を表4に示す。

(比較例8~11)表4に示す組成(比較例8~11)で、実施例3と同様な方法によりガス発生剤組成物を各々製造し、収率を求めた。ただし、希釈後のコロイド珪酸の濃度は、表4に示す値に調整した。その結果を表4に示す。

【0063】

【表4】

実施例又は比較例		実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12	比較例 8	比較例 9	比較例 10	比較例 11
ガス発生剤の組成 (%)	77化ナトリウム	5 7	5 7	5 6	5 6	5 7	5 6	5 7	5 6
	二酸化マンガ	3 3	3 3	3 2	3 2	3 3	3 2	3 3	3 2
	アルミン酸マグネシウム	6	6	2	2	6	2	6	2
	珪酸	4	4	1 0	1 0	4	1 0	4	1 0
コロイド珪酸中の珪酸濃度 (%)		3	1 5	3	1 5	2	2	1 7	1 7
収率 (%)		9 7	9 4	9 7	9 2	8 3	8 2	8 0	7 8

【0064】表4に示す結果からわかるように、コロイド珪酸中の珪酸濃度を3～15%の範囲内に調整した後、残りの配合成分を添加し、混合してほぼ均一なスラリーとした後、噴霧造粒乾燥する製造方法（実施例9～12）によれば、90%以上の高い収率を得ることができる。一方、コロイド珪酸中の珪酸濃度が上記範囲を外れた場合（比較例8～11）、収率が低下する。

【0065】

【発明の効果】第1の発明のガス発生剤組成物は、アルミン酸マグネシウムとコロイド珪酸由来の珪酸の双方を所定量含有していることから、高い燃焼速度を保持した状態で、残渣の捕集を効率よく行うことができるとともに、特別に配慮された濾過機構を使用せずとも、燃焼圧力の増加を引き起こすおそれがなく、そのためガス発生

器の小型軽量化を図ることができるという優れた効果を奏する。

【0066】また、第2の発明のガス発生剤組成物の製造方法によれば、コロイド珪酸中の珪酸濃度を所定の範囲に調整することにより、ガス発生剤組成物を収率良く製造することができるという優れた効果が得られる。

## 20 【図面の簡単な説明】

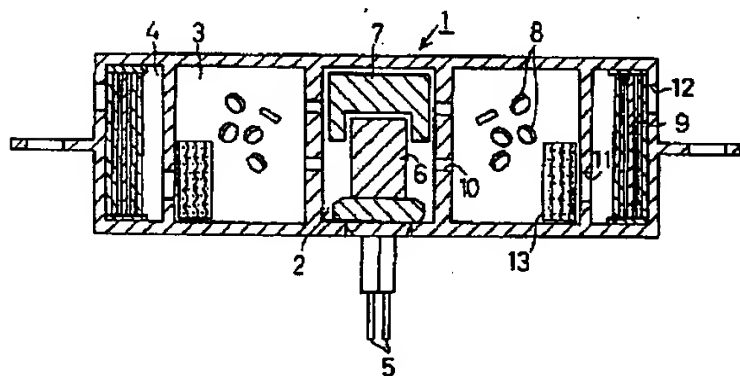
【図1】この発明のガス発生剤組成物が装填されたガス発生器を示す断面図である。

【図2】この発明で用いるアルミン酸マグネシウムについて、焼成温度と比表面積との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

1…ガス発生器、8…ペレット状のガス発生剤組成物。

【図1】



【図2】

